

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭56—9279

⑤ Int. Cl.³
C 04 B 35/58識別記号
1 0 3庁内整理番号
7412—4G
7412—4G

⑬ 公開 昭和56年(1981)1月30日

発明の数 2
審査請求 未請求

(全 7 頁)

⑭ 切削工具用焼結体及びその製造方法

伊丹市昆陽字宮東1番地住友電
気工業株式会社伊丹製作所内

⑮ 特 願 昭54—81880

⑯ 発 明 者 矢津修示

⑰ 出 願 昭54(1979)6月28日

伊丹市昆陽字宮東1番地住友電
気工業株式会社伊丹製作所内

⑱ 発 明 者 佐藤周一

⑲ 出 願 人 住友電気工業株式会社

伊丹市昆陽字宮東1番地住友電
気工業株式会社伊丹製作所内

大阪市東区北浜5丁目15番地

⑳ 発 明 者 原昭夫

㉑ 代 理 人 弁理士 浦田清一

明 細 書

1. 発明の名称

切削工具用焼結体およびその製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 平均粒度が 10μ 以下の高圧相型窒化硼素を体積%で30%以上、80%以下含有し、残部の結合相が窒化チタンとWの硼化物及びAlの化合物を主体としたものよりなり、結合相中のWの含有量が重量で3%を越え、更にAlの含有量が重量で5%を越え、且つ結合相の結晶粒子の大部分が 1μ 以下の微細粒子よりなることを特徴とする切削工具用焼結体。
2. 平均粒度が 10μ 以下の高圧相型窒化硼素粉末を結合材として TiN_x の形で表わしたとき x の値が0.90以下の窒化チタン粉末とW又はW化合物粉末、及びAl又はAlを含む合金又は化合物粉末とを混合し、これを粉末状もしくは型押成型後、超高圧高温装置を用いて圧力20 kb以上、温度 $900^\circ C$ 以上で焼結せしめることを特徴とする高圧相型窒化硼素を体積%で

30%以上、80%以下含有し、残部の結合相が窒化チタンとWの硼化物及びAlの化合物を主体としたものよりなり、且つ結合相の結晶粒子の大部分が 1μ 以下の微細粒子よりなる切削工具用焼結体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

立方晶型窒化硼素(Cubic BN以下CBNと略す)はダイヤモンドに次ぐ高硬度の物質であり、超高圧高温下で合成される。現在既に研削用砥粒として使用されており、また切削用途にはCBNを金属Coなどで結合した焼結体が一部に使用されている。このCBNを金属で結合した焼結体を切削工具として使用した場合、結合金属相の高温での軟化による耐摩耗性の低下や、被削材金属が溶着し易い為に工具が損傷するといった欠点がある。本発明は、このような金属で結合した焼結体でなく、高強度で耐熱性に優れた硬質金属化合物を結合相とした切削工具用途に適した新しいCBN焼結体に関するものである。

発明者等は先に高硬度で且つ熱伝導率が極めて

高いというCBNの特徴を生かした工具用焼結体として、CBNを周期律表^ⅡⅢA, Va, VIa族金属の炭化物、窒化物、硼化物、珪化物からなる化合物で結合した高硬度の工具用焼結体を開発し特許出願している（特開昭53-77811号、同53-139609号）。

発明者等は更に工具用焼結体に要求される耐摩耗性、強靱性の面から広範な検討を行い、特に切削工具材料に適した本発明に到達したものである。

CBNは前記した如く高硬度であり耐熱性、耐摩耗性に優れた物質である。このCBNのみを焼結する試みは種々なされているが、これには例えば特公昭39-8948^Ⅱに記されている如く、約70 kb以上、1900°C以上の超高压、高温下で焼結する必要がある。現状の超高压・高温装置ではこのような高压、高温条件を発生させることはできるが、工業的規模に装置を大型化した場合、高压、高温発生部の耐用回数が制約され実用的でない。またCBNのみの焼結体の硬度は高いが、工具として使用した場合の靱性が劣る。

3

耐摩耗性や耐熱性の点でも実用的に十分な性能を有しているとは言えないが、特に断続的に衝撃が加わるような切削加工用途に対しては強靱性が不足しており、殆んど使用できなかつた。発明者等の先願（特願昭52-113987号）に述べたように、結合材としてTi, Zr, Hf等の炭化物、窒化物、炭窒化物を用い、CBNの粒度及び組成と結合相の分布状態等を適切に制御すれば、このような断続切削等の用途にも適用できる高性能の焼結体が得られる。

しかしながら、例えば複雑な形状の高硬度の焼入れ鋼をフライス切削するといったような場合にはやはり工具刀先の欠損が生じ問題であつた。

本発明焼結体のCBN結晶の結合材は窒化チタン（TiN）とWの硼化物及びAlの合金または化合物を主体としたものからなっている。結合材の主成分となる化合物については周期律表第ⅢA, Va, VIa族金属の窒化物、炭化物、炭窒化物を中心に各種の材料を用いて焼結体を試作し、特性及び切削工具としての性能をテストしたが、中でもTiNを用いた焼結体が最も優れた性能を示した。

5

発明者等はCBNの結合材として窒化チタンとWの硼化物及びAlを含む化合物を主体としたものを用い、更に適切な製造条件を見出すことによつて、従来にはない耐摩耗性、靱性を有するCBNの焼結体を得ることができた。また高压相型窒化硼素の別の形態であるウルツ鉱型窒化硼素についても同様の検討を行い、CBNを用いた場合と類似した結果を得た。

以下CBNを硬質耐摩耗成分として使用した焼結体について詳細を述べるが、ウルツ鉱型もしくはCBNとウルツ鉱型窒化硼素の混合物を用いた場合も同様のことが言える。

CBN焼結体の切削工具としての用途は鋼や鋳鉄の高硬度材（例えば焼入れ鋼や高硬度のロール等）の切削加工やスーパーアロイ等の難削材の加工等が考えられる。一般の鋼や鋳鉄等を切削する場合も同様であるが、特にこのような用途に対しては工具材料が高硬度で耐摩耗性に優れているのみでなく強靱性にも優れていることが要求される。

前述したCBNを金属Coで結合した焼結体では耐

4

発明者等はTiNを結合材の主成分とするCBN焼結体について更に性能を改良する方法を種々検討した。その結果、焼結体製造時に使用する原料TiN中の窒素含有量及び結合材にAlを含む化合物を適量存在させ、更に焼結体の結合材中にWの硼化物を形成するW、もしくはW化合物を結合材形成粉末に加え、且つ超高压、高温下での焼結条件を適切に選択することによつて大巾な性能の改良に成功した。

本発明の焼結体の主たる特徴であるW硼化物の効果について代表的な例により説明する。

平均粒度3 μ のCBN粉末を用い、CBNの含有量を焼結体全体の体積で60%とした。結合材にはTiN_{0.78}の組成を有する窒素含有量が化学量論的量より少ないTiN粉末と金属Al粉末を結合材中の重量で15%加え、更にこれにWCを結合材中の重量で0~50%まで変化させて加えた。この混合粉末を超高压・高温装置を用いて圧力20~60 kb、温度900°C~1500°Cの範囲で焼結した。得られた焼結体についてX線回折により焼結体の結合相組成を

6

同定し、更に切削性能試験を行つた。X線回折の結果からは、結合材中に約3重量%以上のWCを含む焼結体ではW硼化物(例えば WB , W_2B , W_2B_5)と思われる相の存在が見られた。この硼化物は焼結中にCBNとWCの反応によつて生じたものである。なお、WCは非化学量論的な TiN_x ($x \leq 0.9$)にも一部固溶して $(Ti, W)(C, N)$ といった固溶体を形成する。

さて、このように結合材にW化合物を含む焼結体の切削工具としての性能を確認すべく、硬度がHRC 60のSKD 11相当のダイス鋼を被削材としてフライス切削を行つた。その結果、結合材中にWを3重量%以上含む場合は焼結体の靱性が著しく改善されることが判明した。又、工具の逃げ面、すくい面の摩耗量も同時に調べたが、結合材中にWを含有する場合は摩耗量も少なく、靱性のみならず耐摩耗性も大きく改良されることが判明した。

同様な実験をWCの替わりにWの微粉末を使用し行つたが、その結果は殆ど同じであつた。

本発明の焼結体でこのような効果が生じた理

由は未だ充分解明されていないが、一つには結合相中の TiN 中にWの一部が固溶して $(Ti, W)N$ 又は $(Ti, W)(C, N)$ 固溶体となることによつて結合材の強度、耐摩耗性が改善されること、非化学量論的な TiN_x とAlの共存下でCBNとWの反応が比較的低温で進行し、Wの硼化物が形成されるが、この硼化物はCBN粒子の周囲に形成され、これがCBNと結合材の接合強度を高めること、更にはWの硼化物、特にWBは硬度も高く(ピッカース硬度で約3500)これが焼結体中に微細に分散する為に耐摩耗性が改善されること等が考えられる。

本発明の焼結体の結合材原料としては非化学量論的な TiN_x ($x \leq 0.9$)を用いるが、これは焼結性の観点から選定されたものである。

特に本発明では $(Ti, W)N$, $(Ti, W)(C, N)$ といった固溶体の形式が必要であり、この場合はWの固溶量はN含有量の少ないほど大となる。 $x > 0.9$ では焼結性が悪くなり、焼結体の靱性、耐摩耗性も低下する。また結合材中のAl量も焼結性の観点から実験によつて定められたもので、5%未満では

7

8

焼結性も悪く、焼結体の靱性、耐摩耗^性共に低下する。Alは焼結体中では TiN_x の過剰のTiと反応してTi-Al系の金属間化合物もしくは Ti_2AlN 又は AlN 等の化合物を形成するが、Al量が相対的に過剰の場合は金属Alとして残留し、焼結体の硬度、耐摩耗性が低下するため好ましくない。

本発明の焼結体の別の特徴は結合材の結晶粒子の大部分が 1μ 以下の微細粒子からなることである。これによりCBNの結合材として、セラミックを用いているにもかかわらず焼結体の強靱性が優れているものと思われる。

これは結合材にAlを加えることで焼結性が改善され、焼結温度が下げられること、又焼結中にAlの化合物、Wの硼化物結晶が生じるいわゆる反応焼結であるため結合材結晶の粒成長が抑制されているものと考えられる。

本発明の焼結体の用途は切削工具であり、この場合焼結体中の高圧相型窒化硼素の粒子径は 10μ 以下であることが望ましい。切削工具の刃先として焼結体を用いた場合、高圧相型窒化硼素と TiN

を主成分とする結合相の耐摩耗性の差により、窒化硼素の粒径に対応した凹凸が被削材面に転写されることがある。従つて被削材面粗度を良くする為には焼結体中の高圧相型窒化硼素の粒子径は小さい方が良く、実験の結果 10μ 以下であれば実用上支障のないことが判つた。

また、本発明焼結体の結合相成分は TiN を主成分とするものであり、 TiN 以外の周期律表第Na, Va, VIa族金属の窒化物、炭化物、炭窒化物、硼化物を含むものであつても良い。但し結合相中における窒素と炭素との含有量の比は、モル比で $N \geq C$ とする必要がある。炭素含有量が更に多い場合は焼結体の靱性が低下する。

本発明の焼結体の高圧相型窒化硼素の含有量は焼結体中の体積で80%以下、30%以上である。80%を越えると焼結体中での窒化硼素粒子相互の接触が多くなり、本発明の目的とする靱性の高い焼結体としての性能が低下する。また30%未満では焼結体の耐摩耗性が結合材成分のそれと大差なく高圧相型窒化硼素を含有する切削工具材としての

9

10

特徴が失われる。

本発明の焼結体の製造に当つては、平均粒度 10μ 以下の高圧相型窒化物粉末と x の値が 0.90 以下の範囲の TiN_x を主体とする化合物粉末、 W 又は W を含む合金、化合物粉末及び金属 Al 粉末又は Al を含む合金、化合物粉末とを混合し、この混合粉末を型押成型するもしくは粉末状のまま超高压・高温装置に入れ、超高压、高温下で一定時間保持して焼結する。焼結に必要な圧力は $20\sim60\text{ kb}$ で、 20 kb でも充分緻密な焼結体を得られた。温度は $900^\circ\text{C}\sim1500^\circ\text{C}$ の範囲で焼結する。

第1図は高圧相型窒化物の温度、圧力に関する安定域を示したもので、高温、高压下でこの安定域内にあれば低圧相への逆変態は原則的には生じないと考えられる。従つて焼結に必要な温度が低ければ焼結圧力も下げることが可能である。

本発明の焼結体は 900°C 、 20 kb の条件でも充分緻密な焼結体を得られる。このことは焼結体の製造に当つて、従来の高圧相型窒化物の焼結に用いられた圧力、温度条件より著しく条件が緩和さ

れ、工業的には重要な意味をもつ。即ち本発明の焼結体の製造に当つて用いられる超高压、高温発生装置は、使用圧力の低下によつて装置の大型化が可能となり、また装置の耐用回数も著しく伸びる。

本発明焼結体の製造に当つて適正な焼結条件は CBN の含有量及び原料 TiN_x の x の値、 Al の添加量、 CBN 原料粒度等によつて異なってくる。実験の結果 CBN 含有量が多く、粒度が粗いものほど焼結圧力、温度を高める必要があり、また TiN_x の x の値が低く、 Al の含有量の多いものほど圧力、温度条件は下げることが可能であつた。

以下実施例により具体的に説明する。

(実施例1)

金属 Ti 粉末を窒素雰囲気中で加熱して TiN_x を作成した。作成した TiN_x の窒素分析の結果は $x=0.78$ であつた。この TiN 粉末と -325 ノツシュの金属 Al 粉末と WC 粉末を重量%でそれぞれ第1表のように秤量後混合し、これを容器につめて真空炉中 1000°C で20分間保持した。加熱後の粉末はボールミルに

11

第1表

実施例1に用いた試料の結合材の組成

試料 No.	$TiN_{0.78}$ 重量%	Al 重量%	WC 重量%
A	85	15	0
B (本発明)	81	15	3
C (本発明)	75	15	10

より -325 ノツシュに粉碎した。X線回折の結果 TiN 、 Al_3Ti 、 Ti_3AlN 、 WC のピークが観察された。

この結合材と平均粒度 3μ の CBN 粉末とを CBN を体積%で60%となるように配分した。この混合粉末を型押し成型し、直径 10 mm 、厚さ 2 mm の円板を作成し、これを $WC-10\%$ Co 合金の直径 10 mm 、厚さ 3 mm の円板ではさみ、ガードル型超高压装置に入れ、先ず圧力を 50 kb に上げ、次いで温度を 1200°C に上げ20分間保持し焼結した。混合粉末の焼結体は直径 10 mm 、厚さ 1.2 mm の円板となり、超硬合金に接着していた。又、X線で焼結体を同定した所、 CBN 、 TiN ピークの他に、 TiB_2 、 AlN 、 WB のピーク

13

12

が見出された。硬度を測定した所いずれも $2900\sim3000$ であつた。焼結体を切断し、超硬合金のスクローウエッチャの一角にロウ付け後、加工して切削チップを作成した。耐摩耗性を見るために $HRC\ 60$ の $SKD\ 11$ ダイスク丸棒を旋盤で切削した。

切削条件は速度 100 m/min 、切り込み 0.2 mm 、送り 0.12 mm/rev で行つた。評価は逃げ面摩耗巾が 0.2 mm になるまでの時間で判断した。この結果を第2図に示す。又、切削性を調べる為に正面フライス盤を用いて一枚刃で連続切削を行つた。被削材は $HRC\ 60$ の $SKD\ 11$ ダイスクを用いた。切削条件は 200 m/min 、切り込み 0.5 mm 、送り速度 0.07 mm/刃 、 0.12 mm/刃 、 0.19 mm/刃 と順次条件を上げて焼結体の刃先の欠損状態を調べたその結果を第2表に示す。

(実施例2)

粒度 1μ 以下の衝撃波法によつて合成されたウルツ鉱型窒化物粉末を用い、実施例1で用いたのと同じ組成で、同様な条件により混合粉末を作成した。焼結は実施例1と同一の方法で 45 kb の圧力のもとに、 1350°C で20分間保持し焼結を行

14

第 2 表
実施例 1 における靱性テスト

切削条件 SKD 11 (HRC 60)

$v = 200 \text{ m/min}$

$d = 0.5$

Dry

試料 No.	0.07 mm/min	0.12 mm/min	0.19 mm/min
A	◎	○	X
B (本発明焼結体)	◎	◎	○
C (本発明焼結体)	◎	◎	◎

記号の説明
◎ : 30 分以上切削可能
○ : 15 分～30 分切削中に欠損
X : 切削初期に欠損

15

CBN の含有量が 30～80 体積% の範囲内で焼結体が切削工具として通していることを見出した。その結果を第 3 図に示す。

(実施例 4)

平均粒度 6μ の CBN 粉末を用い、これを体積で 10～95% 変化させ、残部の結合相に $\text{TiN}_{0.78}$ を重量で 60%、 TiC を重量で 15%、 WC を重量で 10% を混合した粉末を用い、実施例 1 で施した熱処理を行い、同様の焼結方法で 50 kb の圧力のもとに 1200°C で 20 分間保持し焼結を行った。X 線回折により焼結体中の WC の存在を調べたが、ピークは見当らず WB が検出された。硬度を測定し (第 3 表) 実施例 1 と同一の切削性能試験を行ったその結果を第 4 図に示す。

(実施例 5)

平均粒度 3μ の CBN 粒子を用い、CBN の含有量が体積で 60% になるようにし結合相に $\text{TiN}_{0.7}$ 、Al、W の混合粉末 (組成、第 4 表) を用いて、実施例 1 の如く加熱処理したものを同様な方法で焼結した。焼結体の硬度は 2900～3000 で X 線回折により

17

特開昭 56-9279 (S)

つた。X 線回折により焼結体内に WC が残存するか調べたが見受けられず WB が存在した。焼結体の硬度は 3000～3100 VHN で切削性能試験は、被削材に SKD 11 を用い比較の為実施例 1 と同一の条件で切削性能試験を行った所第 2 図、第 2 表とほぼ同様な結果が得られた。

(実施例 3)

Ti を窒化処理し、W の微粉末を加え、真空炉中で 1300°C に加熱して得られた $(\text{Ti}_{0.95}\text{W}_{0.05})\text{N}_{0.82}$ に Al を 17% 添加したものを結合材として用い、平均粒度 2μ の CBN 粒子を 10～95 体積% まで変化させ、実施例 1 と同様の方法で圧力 50 kb、温度 1300°C のもとに 20 分間保持し焼結した。焼結体を X 線回折で同定した所、実施例 1 と同一の生成物が見受けられた。

ロウ付け及び加工して切削チップを作成し、耐摩耗性によつて焼結体の切削性能を評価する為に HRC 62 の SKD 11 を切削材として用い、速度 100 m/min 、切り込み 0.2 mm 、送り 0.12 mm/rev のもとに逃げ面摩耗が 0.2 mm になるまでの時間を測定した。その結果

16

第 3 表

実施例 4 に用いた試料の CBN 含有量と硬度

試料 No.	CBN 体積 %	硬度 (Hv)
D	95	4100
E	80	4250
F	60	2900
G	30	2430
H	20	1950

E, F, G : 本発明焼結体

第 4 表

実施例 5 に用いた試料の結合材の組成

試料 No.	$\text{TiN}_{0.7}$ wt%	Al wt%	W wt%
I	85	15	0
J (本発明)	81	15	3
K (本発明)	75	15	10

結合相を調べたところ、J, K の試料では W のピークは見受けられず、WB が生成していた。チルド焼結

18

を用いて切削速度 60 m/min 、切り込み 0.5 mm 、送り 0.15 mm/rev の条件のもとに切削試験を行った所、大幅に性能が向上した。その結果を第3図に示す。

4. 図面の簡単な説明

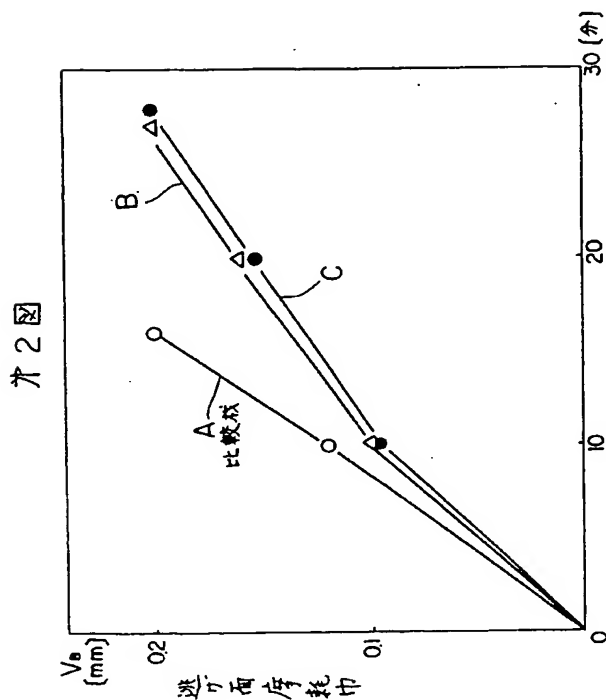
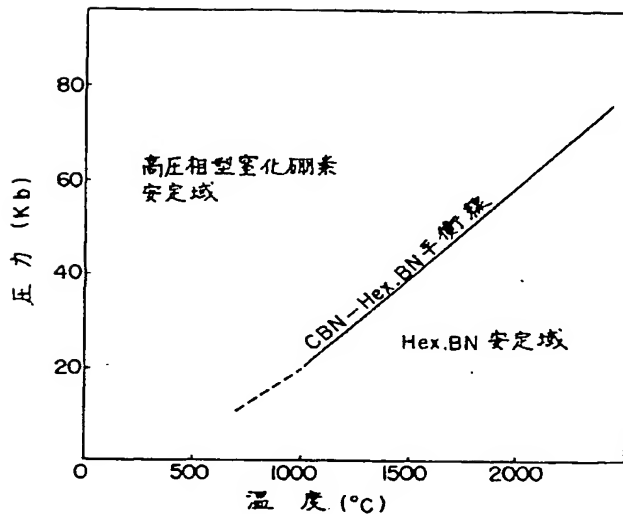
第1図は、本発明の切削工具用焼結体の製造条件を説明するためのもので、高压相型窒化硼素の温度、圧力相図における安定域を示す。

第2図乃至第5図は本発明の切削工具用焼結体の切削工具としての性能を示すもので、第2図は実施例1、実施例2における耐摩耗テスト（逃げ面摩耗巾が 0.2 mm に至るまでの時間）の比較材との比較図表、第3図は実施例3における耐摩耗テストで CBN の含有量が $30 \sim 80$ 体積% の範囲内の焼結体が切削工具として適していることの図表、第4図および第5図はそれぞれ実施例4、5における耐摩耗テスト結果の比較材との関係図表を示している。

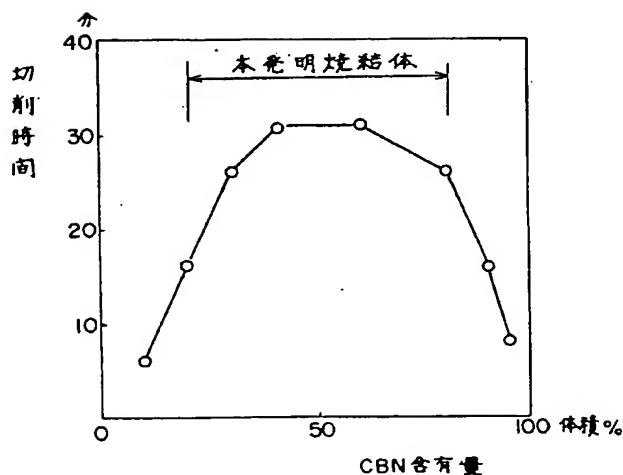
代理人 弁理士 浦田 清一

19

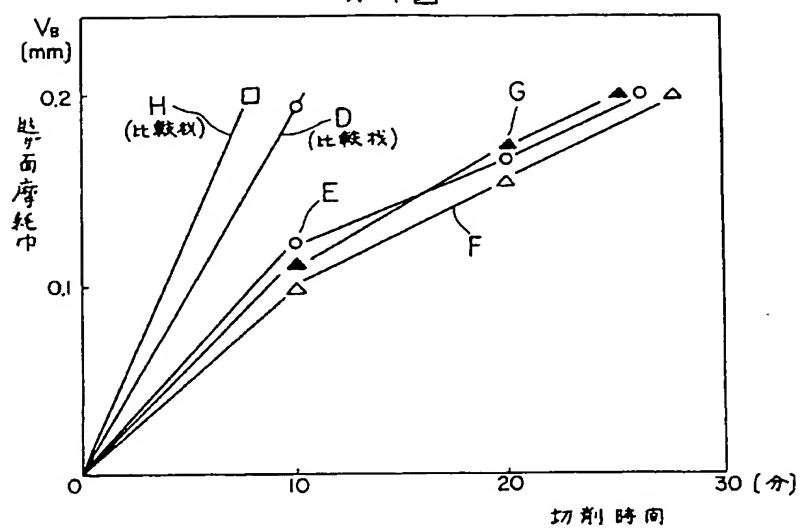
第1図



第3図



才 4 図



才 5 図

